

**LIGHT-EMITTING ELEMENT**

**Patent number:** JP2003086381  
**Publication date:** 2003-03-20  
**Inventor:** KITAZAWA DAISUKE; KOHAMA TORU; TOMINAGA TAKESHI  
**Applicant:** TORAY INDUSTRIES  
**Classification:**  
**- international:** C09K11/06; H05B33/14; H05B33/22; C09K11/06; H05B33/14; H05B33/22; (IPC1-7): H05B33/22; C09K11/06; H05B33/14  
**- european:**  
**Application number:** JP20010271543 20010907  
**Priority number(s):** JP20010271543 20010907

**Report a data error here**

**Abstract of JP2003086381**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a light-emitting element that has a high luminous efficiency, low drive voltage and high durability. **SOLUTION:** This is a light-emitting element that comprises film layers including at least a luminous layer and an electron carrier layer made of an organic compound on a first electrode formed on the substrate and a second electrode formed on the film layers. The above electron carrier layer is made of an organic compound having a molecular weight of 580 or more, and a donor impurity is doped in at least a part of the electron carrier layer, and the above organic compound is a heterocyclic compound and it has two or more of nitrogen atoms in at least one cycle structure that constitutes the heterocycle. Or a donor impurity is doped in at least a part of the electron carrier layer and the above organic compound is a non-metallic complex system heterocyclic compound, and it has zero or one nitrogen atom for one cycle structure that constitutes the heterocycle.

---

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

~~THIS PAGE BLANK (USPTO)~~

THIS PAGE BLANK (USPTO)

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2003-86381

(P2003-86381A)

(43) 公開日 平成15年3月20日 (2003.3.20)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テームト <sup>8</sup> (参考)
H 0 5 B 33/22		H 0 5 B 33/22	B 3 K 0 0 7
C 0 9 K 11/06	6 3 5	C 0 9 K 11/06	6 3 5
	6 4 0		6 4 0
	6 4 5		6 4 5
	6 5 0		6 5 0

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 11 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2001-271543(P2001-271543)

(22) 出願日 平成13年9月7日 (2001.9.7)

(71) 出願人 000003159

東レ株式会社

東京都中央区日本橋室町2丁目2番1号

(72) 発明者 北澤 大輔

滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内

(72) 発明者 小濱 亨

滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内

(72) 発明者 富永 剛

滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 発光素子

(57) 【要約】

【課題】 高発光効率、低駆動電圧でかつ高耐久性の発光素子を提供することを目的とする。

【解決手段】 基板上に形成された第一電極上に、少なくとも有機化合物からなる発光層および電子輸送層を含む薄膜層と、薄膜層上に形成された第二電極とを含む発光素子において、前記電子輸送層は分子量が580以上の有機化合物からなり、前記電子輸送層の少なくとも一部分にドナー性不純物がドーピングされており、前記有機化合物が複素環化合物であって、該複素環を構成する少なくとも1つの環構造に窒素原子が2個以上含まれる、あるいは前記電子輸送層の少なくとも一部分にドナー性不純物がドーピングされており、前記有機化合物が非金属錯体系複素環化合物であって、該複素環を構成する環構造1つにつき窒素原子が0個もしくは1個含まれることを特徴とする発光素子。

【特許請求の範囲】

【請求項1】基板上に形成された第一電極上に、少なくとも有機化合物からなる発光層および電子輸送層を含む薄膜層と、薄膜層上に形成された第二電極とを含む発光素子において、前記電子輸送層は分子量が580以上の有機化合物からなり、前記電子輸送層の少なくとも一部分にドナー性不純物がドーピングされており、前記有機化合物が複素環化合物であって、該複素環を構成する少なくとも1つの環構造に窒素原子が2個以上含まれることを特徴とする発光素子。

【請求項2】有機化合物がピラジン骨格、トリアジン骨格、オキサジアゾール骨格、トリアゾール骨格のうち少なくとも1種類を有することを特徴とする請求項1記載の発光素子。

【請求項3】基板上に形成された第一電極上に、少なくとも有機化合物からなる発光層および電子輸送層を含む薄膜層と、薄膜層上に形成された第二電極とを含む発光素子において、前記電子輸送層は分子量が400以上の有機化合物からなり、前記電子輸送層の少なくとも一部分にドナー性不純物がドーピングされており、前記有機化合物が非金属錯体系複素環化合物であって、該複素環を構成する環構造1つにつき窒素原子が0個もしくは1個含まれることを特徴とする発光素子。

【請求項4】有機化合物がピリジン骨格、チオフェン骨格、シロール骨格、ベンゾキノリン骨格のうち少なくとも1種類を有することを特徴とする請求項3記載の発光素子。

【請求項5】ドナー性不純物がアルカリ金属であることを特徴とする請求項1または3記載の発光素子。

【請求項6】電子輸送層および発光層の合計膜厚が50nm以上であることを特徴とする請求項1または3記載の発光素子。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、電気エネルギーを光に変換できる装置であって、表示素子、フラットパネルディスプレイ、バックライト、照明、インテリア、標識、看板、電子写真機、光信号発生器などの分野に利用可能な発光素子に関するものである。

【0002】

【従来の技術】基板上に形成された第一電極（陽極）から注入された正孔と第二電極（陰極）から注入された電子が両極に挟まれた有機蛍光体内で再結合する際に発光する有機積層薄膜発光素子の研究が近年活発に行われている。この素子は、薄型、低駆動電圧下での高輝度発光、蛍光材料を選ぶことによる多色発光が特徴である。

【0003】有機電界発光素子が高輝度に発光することは、コダック社のC. W. Tangらによって初めて示された（Appl. Phys. Lett. 51（12）21、p. 913、1987）。コダック社の提示した

有機電界発光素子の代表的な構成は、ITOガラス基板上に正孔輸送性のジアミン化合物、発光層であり、電子輸送性も併せ持ったトリス（8-キノリノラト）アルミニウム、そして陰極としてMg：Agを順次設けたものであり、10V程度の駆動電圧で1000カンデラ/平方メートルの緑色発光が可能であった。現在の有機電界発光素子は、基本的にはコダック社の構成を踏襲しており、基板上に第一電極、発光層を含む薄膜層および第二電極が順次積層された構造をしている。薄膜層の構成は、発光層のみの単層構造である場合もあるが、多くは正孔輸送層や電子輸送層を設けた複数の積層構造である。

【0004】有機電界発光素子には、発光効率の向上、駆動電圧の低下、耐久性の向上を満す必要がある。発光効率が低いと高輝度を要する画像の出力ができなくなり、所望の輝度を出力するための消費電力量が多くなる。発光効率を向上させるために陰極からの反射光との干渉効果を利用する方法があるが、その最適条件では薄膜層が厚膜化するため駆動電圧が上昇してしまう。一方、耐久性向上のためにはガラス転移点の高い化合物を用いるのが好ましいが、一般にガラス転移点の高い化合物は電気抵抗も高い傾向があり、駆動電圧が上昇してしまう。また異物混入によるリークや連続駆動に対する耐久性を高めるために、薄膜層の膜厚を厚くすると、それに伴って駆動電圧が上昇してしまう。以上のように、発光効率や耐久性を向上させようとすると駆動電圧が上昇するという問題があった。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、かかる従来技術の問題を解決し、高発光効率、低駆動電圧でかつ高耐久性の発光素子を提供することを目的とするものである。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明は、基板上に形成された第一電極上に、少なくとも有機化合物からなる発光層および電子輸送層を含む薄膜層と、薄膜層上に形成された第二電極とを含む発光素子において、前記電子輸送層は分子量が580以上の有機化合物からなり、前記電子輸送層の少なくとも一部分にドナー性不純物がドーピングされており、前記有機化合物が複素環化合物であって、該複素環を構成する少なくとも1つの環構造に窒素原子が2個以上含まれることを特徴とする発光素子である。

【0007】また、本発明は、基板上に形成された第一電極上に、少なくとも有機化合物からなる発光層および電子輸送層を含む薄膜層と、薄膜層上に形成された第二電極とを含む発光素子において、前記電子輸送層は分子量が400以上の有機化合物からなり、前記電子輸送層の少なくとも一部分にドナー性不純物がドーピングされており、前記有機化合物が非金属錯体系複素環化合物で

あって、該複素環を構成する環構造1つにつき窒素原子が0個もしくは1個含まれることを特徴とする発光素子である。

【0008】

【発明の実施の形態】以下、本発明による発光素子について説明する。

【0009】本発明におけるドナー性不純物のドーピングは電子輸送層の電気伝導性向上ならびにキャリア注入を容易にする。電子輸送能力を向上させるためには電子輸送層にドナー性不純物をドーピングする。本発明におけるドナー性不純物は、アルカリ金属、アルカリ土類金属、アミノ化合物、アンモニア、テトラチアフルバレン誘導体、テトラセレナフルバレン誘導体などが挙げられる。中でも真空中での蒸着が容易で、有機薄膜中に拡散しやすく、低仕事関数で電子輸送能向上の効果が大きいリチウム、ナトリウム、カリウム、ルビジウム、セシウムといったアルカリ金属や、マグネシウム、カルシウム、ストロンチウム、バリウムといったアルカリ土類金属が好ましく、アルカリ金属、特に仕事関数が全元素中最も小さいセシウムがより好ましい。

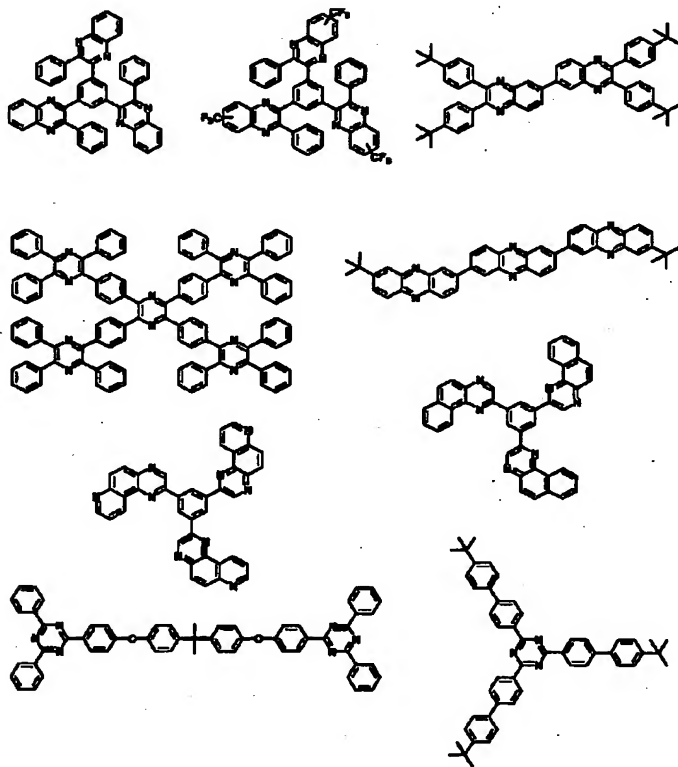
【0010】電子輸送性材料としては、陰極からの電子

を効率良く輸送することが必要で、電子注入効率が高く、注入された電子を効率良く輸送することが望ましい。そのためには電子親和力が大きく、しかも電子移動度が大きく、さらに安定性に優れ、トラップとなる不純物が製造時および使用時に発生しにくい物質であることが要求される。このような条件を満たす化合物として、分子量が580以上の複素環化合物であって、該複素環を構成する少なくとも1つの環構造に窒素原子が2個以上含まれる化合物が好適に用いられる。

【0011】同じ窒素化合物でも、電子輸送性の点から、アミン化合物よりも窒素含有複素環化合物であるピラジン骨格、トリアジン骨格、オキサジアゾール骨格、トリアゾール骨格などを含む化合物が好ましい。このような条件を満たす物質として、下記化1～化3に示す化合物などが挙げられるが特に限定されるものではない。これらの電子輸送材料は単独でも用いられるが、異なる電子輸送材料と積層または混合して使用しても構わない。

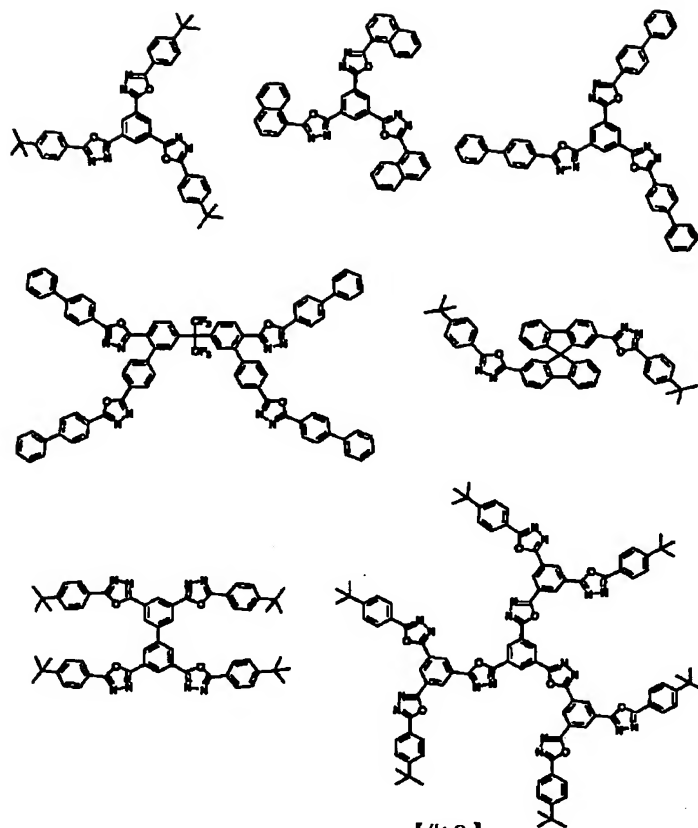
【0012】

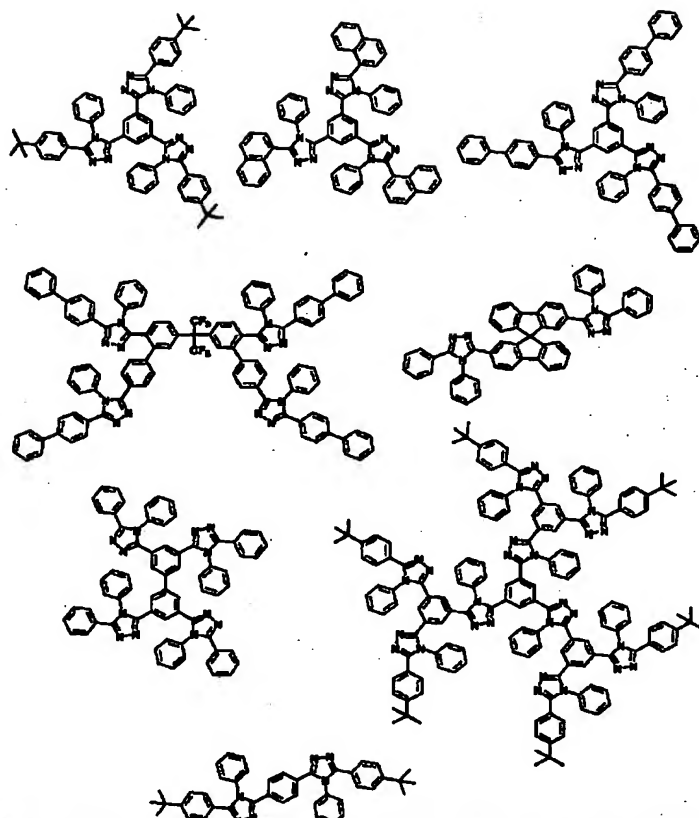
【化1】



【0013】

【化2】





【0015】また、電子輸送性材料として、分子量が400以上の非金属錯体系複素環化合物であって、該複素環を構成する環構造1つにつき窒素原子が0個もしくは1個含まれる化合物も同様に好適に用いられる。

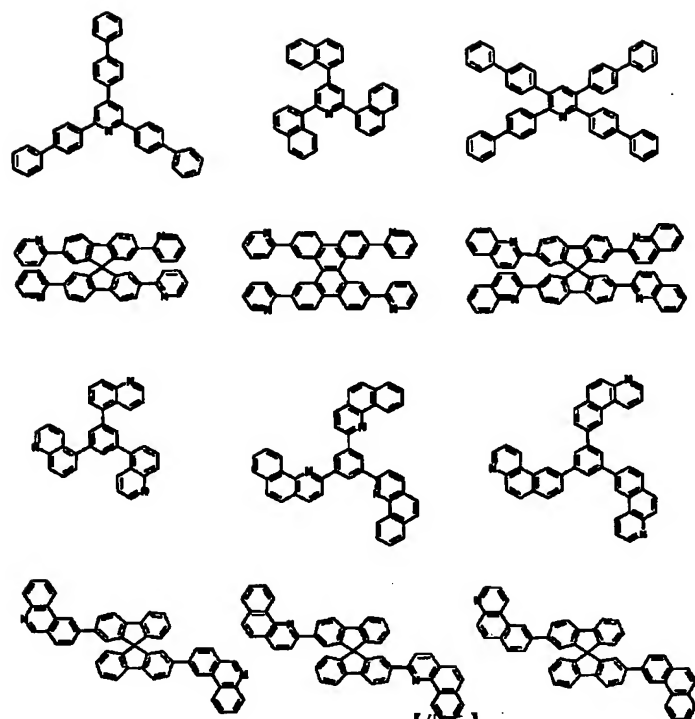
【0016】電子輸送性の点から、本発明の非金属錯体系複素環化合物としてピリジン骨格、チオフェン骨格、シロール骨格のうち少なくとも1種類を有する化合物が好ましい。さらに、薄膜形成時の膜質安定性の点から、ピリジン骨格を有する化合物の中でもベンゾキノリン骨

格を有する化合物がより好ましい。

【0017】このような条件を満たす物質として、下記化4～化6に示す化合物などが挙げられるが特に限定されるものではない。これらの電子輸送材料は単独でも用いられるが、異なる電子輸送材料と積層または混合して使用しても構わない。

【0018】

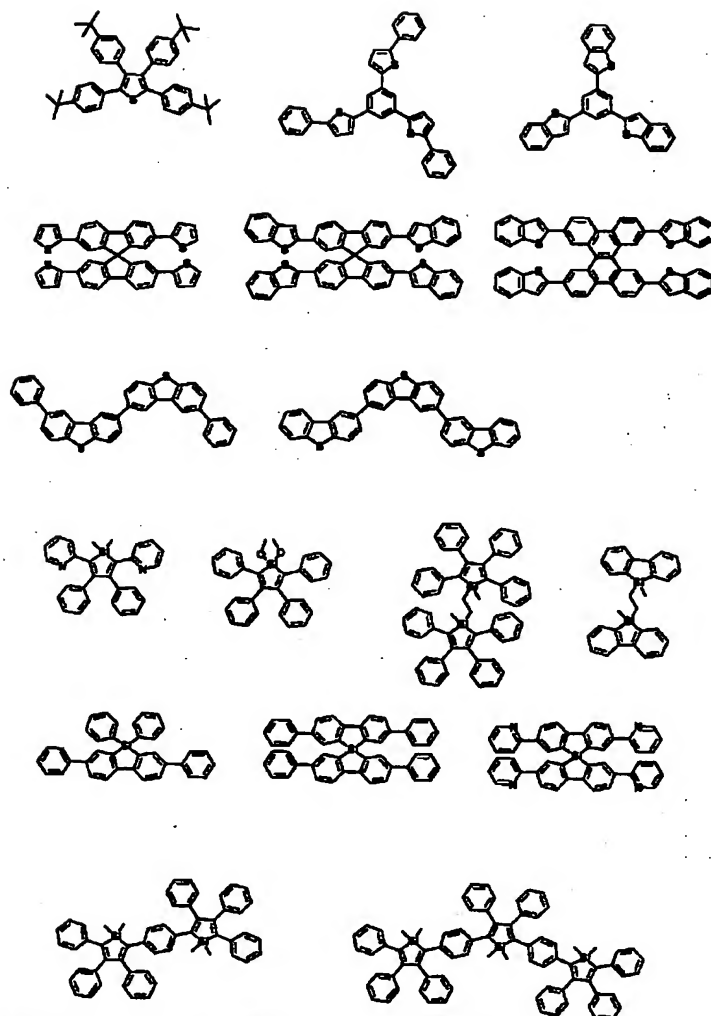
【化4】



[0019]

[125]





【0020】ドナー性不純物をドーピングする場合、キレート配位が可能な化合物は製造時或使用時に好ましくない不純物がトラップされてしまい、ドナー性不純物が効果的に働かなくなることがあるため好ましくない。キレート配位とは、複数の非共有電子対の供与サイトが、同時に一つの原子や分子に配位し、環構造を形成するような配位のしかたである。

【0021】発光効率を向上させるために干渉効果を利用する方法があるが、これは発光層から直接放射される光と、陰極で反射された光の位相を整合させて光の取り出し効率を向上させるものである。この最適条件は光の発光波長に応じて変化するが、電子輸送層および発光層の合計膜厚が50 nm以上となり、赤色などの長波長発光の場合には100 nm近くの厚膜になる場合がある。

【0022】このような薄膜層の膜厚が厚い場合に、電子輸送層にドナー性不純物をドーピングして電子輸送能を向上させる方法は特に効果を発揮するものである。電子輸送層および発光層の合計膜厚が50 nm以上の場合に好ましく用いられ、70 nm以上ではより好ましく用

いられる。

【0023】ドーピングする電子輸送層の膜厚は、電子輸送層の一部分または全部のどちらでも構わないが、全体の膜厚が厚いほどドーピングする膜厚も厚い方がよい。一部分にドーピングする場合、少なくとも電子輸送層/陰極界面にはドーピング層を設けることが望ましく、界面付近にドーピングするだけでも低電圧化の効果は得られる。一方、ドナー性不純物が発光層にドーピングされると発光効率を低下させる悪影響を及ぼす場合があることから、発光層/電子輸送層界面には5 nm以上のノンドープ層を設けることが望ましい。

【0024】好適なドーピング濃度は材料やドーピング層の膜厚によっても異なるが、有機化合物とドナー性不純物のモル比100:1~1:100の範囲が好ましく、10:1~1:10がより好ましい。

【0025】第一電極と第二電極は素子の発光のために十分な電流を供給するための役割を有するものであり、光を取り出すために少なくとも一方は透明または半透明であることが望ましい。通常、基板上に形成される第一

電極を透明電極とし、これを陽極、第二電極を陰極とする。

【0026】第一電極に用いる材料は、光を取り出すために透明または半透明であれば、酸化錫、酸化インジウム、酸化錫インジウム（ITO）酸化亜鉛インジウム（IZO）などの導電性金属酸化物、あるいは、金、銀、クロムなどの金属、ヨウ化銅、硫化銅などの無機導電性物質、ポリチオフェン、ポリピロール、ポリアニリンなどの導電性ポリマーなど特に限定されるものでないが、ITOガラスやネサガラスを用いることが特に望ましい。透明電極の抵抗は素子の発光に十分な電流が供給できればよいので限定されないが、素子の消費電力の観点からは低抵抗であることが望ましい。例えば300Ω/□以下のITO基板であれば素子電極として機能するが、現在では10Ω/□程度の基板の供給も可能になっていることから、20Ω/□以下の低抵抗の基板を使用することが特に望ましい。ITOの厚みは抵抗値に合わせて任意に選ぶ事ができるが、通常100～300nmの間で用いられることが多い。ITO膜形成方法は、電子ビーム蒸着法、スパッタリング法、化学反応法など特に制限を受けるものではない。

【0027】ガラス基板はソーダライムガラス、無アルカリガラスなどが用いられ、また厚みも機械的強度を保つのに十分な厚みがあればよいので、0.5mm以上あれば十分である。ガラスの材質については、ガラスからの溶出イオンが少ない方がよいので無アルカリガラスの方が好ましいが、SiO<sub>2</sub>などのバリアコートを施したソーダライムガラスも市販されているのでこれを使用できる。

【0028】第二電極に用いる材料は、電子を効率よく発光層に注入できる物質であれば特に限定されない。一般的には白金、金、銀、銅、鉄、錫、アルミニウム、インジウムなどの金属、またはこれらの金属とリチウム、ナトリウム、カリウム、カルシウム、マグネシウムなどの低仕事関数金属との合金や多層積層などが好ましい。特に主成分としてはアルミニウム、銀、マグネシウムが電気抵抗値や製膜しやすさ、膜の安定性、発光効率などの面から好ましい。

【0029】薄膜層の形成方法は、抵抗加熱蒸着、電子ビーム蒸着、スパッタリング、分子積層法、コーティング法などが挙げられ、特に限定されるものではないが、通常は、抵抗加熱蒸着、電子ビーム蒸着が特性面で好ましい。

【0030】正孔輸送材料としては、電界を与えられた電極間において正極からの正孔を効率良く輸送することが必要で、正孔注入効率が高く、注入された正孔を効率良く輸送することが望ましい。そのためには適切なイオン化ポテンシャルを持ち、しかも正孔移動度が大きく、さらに安定性に優れ、トラップとなる不純物が製造時および使用時に発生しにくい物質であることが要求され

る。このような条件を満たす物質として、特に限定されるものではないが、TPD、m-MTDATA、α-NPDなどのトリフェニルアミン誘導体、ビスカルバゾリル誘導体、ピラゾリン誘導体、スチルベン系化合物、ヒドラゾン系化合物やフタロシアニン誘導体に代表される複素環化合物、ポリビニルカルバゾール、ポリシランなどの既知の正孔輸送材料を使用できる。これらの正孔輸送材料は単独でも用いられるが、異なる正孔輸送材料と積層または混合して使用しても構わない。

【0031】発光材料はホスト材料のみでも、ホスト材料とゲスト材料の組み合わせでも、いずれであってもよい。また、ゲスト材料はホスト材料の全体に含まれていても、部分的に含まれていても、いずれであってもよい。ゲスト材料は積層されていても、分散されていても、いずれであってもよい。

【0032】発光材料は、具体的には、以前から発光体として知られていたアントラセンやピレンなどの縮合環誘導体、トリス（8-キノリノラト）アルミニウムを始めとする金属キレート化オキシノイド化合物、ビススチリルアントラセン誘導体やジスチリルベンゼン誘導体などのビススチリル誘導体、テトラフェニルブタジエン誘導体、クマリン誘導体、オキサジアゾール誘導体、ピロロピリジン誘導体、ペリノン誘導体、シクロペンタジエン誘導体、オキサジアゾール誘導体、チアジアゾロピリジン誘導体、ポリマー系では、ポリフェニレンビニレン誘導体、ポリパラフェニレン誘導体、そして、ポリチオフェン誘導体などが使用できるが特に限定されるものではない。

【0033】発光材料に添加するドーパント材料は特に限定されるものではないが、既知のドーパント材料を用いることができる。具体的には従来から知られている、ペリレン、ルブレンなどの縮合環誘導体、キナクリドン誘導体、フェノキサゾン660、DCM1、ペリノン、クマリン誘導体、ピロメテン（ジアザインダセン）誘導体、シアニン色素などが使用できる。

【0034】以上の正孔輸送層、発光層に用いられる材料は単独で各層を形成することができるが、高分子結着剤としてポリ塩化ビニル、ポリカーボネート、ポリスチレン、ポリ（N-ビニルカルバゾール）、ポリメチルメタクリレート、ポリブチルメタクリレート、ポリエステル、ポリスルホン、ポリフェニレンオキサライド、ポリブタジエン、炭化水素樹脂、ケトン樹脂、フェノキシ樹脂、ポリアミド、エチルセルロース、酢酸ビニル、ABS樹脂、ポリウレタン樹脂などの溶剤可溶性樹脂や、フェノール樹脂、キシレン樹脂、石油樹脂、ユリア樹脂、メラミン樹脂、不飽和ポリエステル樹脂、アルキド樹脂、エポキシ樹脂、シリコーン樹脂などの硬化性樹脂などに分散させて用いることも可能である。

【0035】以上の技術は、複数の発光色からなるフルカラーまたはマルチカラー表示が可能なディスプレイの

場合にも応用することができる。

#### 【0036】

【実施例】以下、実施例および比較例をあげて本発明を説明するが、本発明はこれらの例によって限定されるものではない。

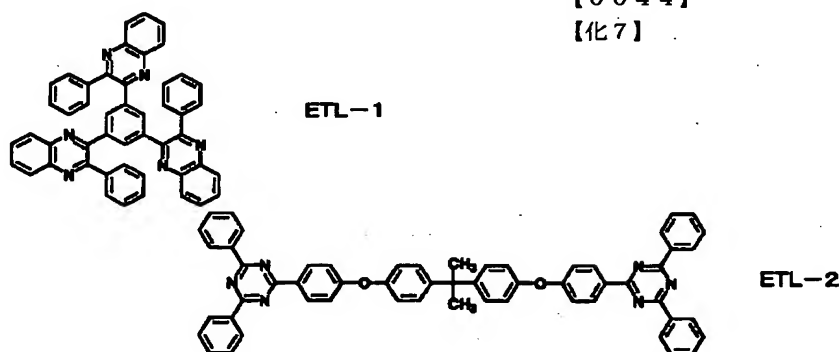
#### 【0037】実施例1

スパッタリング法によりITO透明導電膜を120nm堆積させたガラス基板を38×46mmに切断した後、ITOの不要部分をエッチング除去した。得られた基板をアルカリ洗浄液で10分間超音波洗浄してから、超純水で洗浄した。この基板を素子を作製する直前に1時間UV/オゾン処理し、真空蒸着装置内に設置して、装置内の真空度が $5 \times 10^{-4}$ Pa以下になるまで排気した。抵抗加熱法によって、まず正孔輸送材料として銅フタロシアニン(CuPc)を10nm、次にN, N'-ジ(ナフタレン-1-イル)-N, N'-ジフェニルベンジジン(NPD)を60nm蒸着し、続いて発光層としてゲスト材料(DCJTb)とホスト材料トリス(8-キノリノラト)アルミニウム(Alq<sub>3</sub>)の混合物を25nmの厚さに積層した。ゲストはホストに対して1重量%とした。次に電子輸送層として、化6に示す電子輸送材料(ETL-1)とセシウムをモル比で約3:1の割合で共蒸着して70nmの厚さに積層した。この電子輸送材料ETL-1の分子量は690である。さらに電子輸送層表面をセシウムの蒸気に曝してドーピングした。第二電極用マスクを装着し、アルミニウムを150nm蒸着して陰極とした。

【0038】このようにして作製した発光素子を4mA/cm<sup>2</sup>の電流密度で発光させたところ、発光輝度は98cd/m<sup>2</sup>、駆動電圧は6V、発光効率1.2lm/Wで発光した。この素子を初期輝度200cd/m<sup>2</sup>で連続駆動したところ、1000時間後も輝度が半減しなかった。

#### 【0039】

#### 【化6】



#### 【0045】実施例6

電子輸送層として、化8に示す電子輸送材料(ETL-3)を用いた他は実施例1と同様にして素子を作製し

#### 【0040】実施例2

電子輸送層にリチウムを共蒸着し、表面をリチウムの蒸気で曝してドーピングした他は実施例1と同様にして素子を作製した。この素子を4mA/cm<sup>2</sup>の電流密度で発光させたところ、発光輝度は89cd/m<sup>2</sup>、駆動電圧は6.2V、発光効率は1.0lm/Wで発光した。この素子を初期輝度200cd/m<sup>2</sup>で連続駆動したところ、1000時間後も輝度が半減しなかった。

#### 【0041】実施例3

電子輸送層の膜厚を30nmにした他は実施例1と同様にして素子を作製した。この素子を4mA/cm<sup>2</sup>の電流密度で発光させたところ、発光輝度は75cd/m<sup>2</sup>、駆動電圧は5.7V、発光効率は1.1lm/Wで発光した。この素子を初期輝度200cd/m<sup>2</sup>で連続駆動したところ、1000時間後も輝度が半減しなかったが、4素子のうち1つが400時間後にショートし発光しなくなった。

#### 【0042】実施例4

電子輸送層の膜厚を25nmにした他は実施例1と同様にして素子を作製した。この素子を4mA/cm<sup>2</sup>の電流密度で発光させたところ、発光輝度は70cd/m<sup>2</sup>、駆動電圧は5.6V、発光効率は0.9lm/Wで発光した。この素子を初期輝度200cd/m<sup>2</sup>で連続駆動したところ、1000時間後も輝度が半減しなかったが、4素子のうち1つが300時間後にショートし発光しなくなった。

#### 【0043】実施例5

電子輸送層として、化7に示す電子輸送材料(ETL-2)を用いた他は実施例1と同様にして素子を作製した。この電子輸送材料ETL-2の分子量は843である。この素子を4mA/cm<sup>2</sup>の電流密度で発光させたところ、発光輝度は95cd/m<sup>2</sup>、駆動電圧は6.1V、発光効率は1.1lm/Wで発光した。この素子を初期輝度200cd/m<sup>2</sup>で連続駆動したところ、1000時間後も輝度が半減しなかった。

#### 【0044】

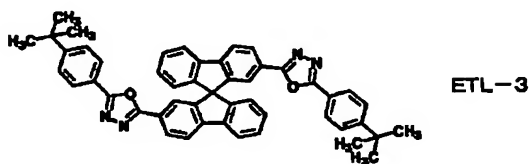
#### 【化7】

た。この電子輸送材料ETL-3の分子量は717である。この素子を4mA/cm<sup>2</sup>の電流密度で発光させたところ、発光輝度は102cd/m<sup>2</sup>、駆動電圧は6

V、発光効率は $1.21\text{ m/W}$ で発光した。この素子を初期輝度 $200\text{ cd/m}^2$ で連続駆動したところ、1000時間後も輝度が半減しなかった。

【0046】

【化8】

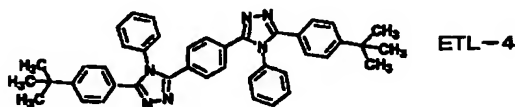


【0047】実施例7

電子輸送層として、化9に示す電子輸送材料(ETL-4)を用いた他は実施例1と同様にして素子を作製した。この電子輸送材料ETL-4の分子量は629である。この素子を $4\text{ mA/cm}^2$ の電流密度で発光させたところ、発光輝度は $98\text{ cd/m}^2$ 、駆動電圧は6.2 V、発光効率は $1.11\text{ m/W}$ で発光した。この素子を初期輝度 $200\text{ cd/m}^2$ で連続駆動したところ、1000時間後も輝度が半減しなかった。

【0048】

【化9】



【0049】比較例1

セシウムをドーピングしないで電子輸送層を積層した他は実施例1と同様にして素子を作製した。この素子を $4\text{ mA/cm}^2$ の電流密度で発光させたところ、発光輝度は $71\text{ cd/m}^2$ 、駆動電圧は7.8 V、発光効率は $0.61\text{ m/W}$ で発光した。この素子を初期輝度 $200\text{ cd/m}^2$ で連続駆動したところ、800時間後に輝度が半減した。

【0050】比較例2

電子輸送層として、バソクプロインとセシウムをモル比で約3:1の割合で共蒸着した他は実施例1と同様にして素子を作製した。このバソクプロインの分子量は360である。この素子を $4\text{ mA/cm}^2$ の電流密度で発光させたところ、発光輝度は $59\text{ cd/m}^2$ 、駆動電圧は4.2 V、発光効率は $1.11\text{ m/W}$ で発光した。この素子を初期輝度 $200\text{ cd/m}^2$ で連続駆動したところ、600時間後に輝度が半減した。

【0051】実施例8

電子輸送層として、ETL-1のノンドープ層を15 nm 設け、次にETL-1とセシウムをモル比で約3:1の割合で55 nm 共蒸着した他は実施例1と同様にして素子を作製した。この素子を $4\text{ mA/cm}^2$ の電流密度で発光させたところ、発光輝度は $100\text{ cd/m}^2$ 、駆動電圧は6.2 V、発光効率は $1.01\text{ m/W}$ で発光し

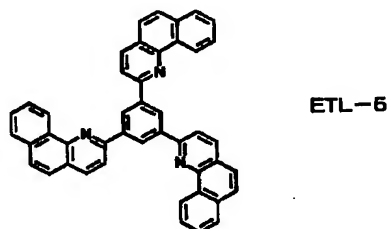
た。この素子を初期輝度 $200\text{ cd/m}^2$ で連続駆動したところ、1000時間後も輝度が半減しなかった。

【0052】実施例9

電子輸送層として、化10に示す電子輸送材料(ETL-5)を用いた他は実施例1と同様にして素子を作製した。この電子輸送材料ETL-5の分子量は609である。この素子を $4\text{ mA/cm}^2$ の電流密度で発光させたところ、発光輝度は $92\text{ cd/m}^2$ 、駆動電圧は6.1 V、発光効率は $1.01\text{ m/W}$ で発光した。この素子を初期輝度 $200\text{ cd/m}^2$ で連続駆動したところ、1000時間後も輝度が半減しなかった。

【0053】

【化10】



【0054】実施例10

電子輸送層にリチウムを共蒸着し、表面をリチウムの蒸気で曝してドーピングした他は実施例9と同様にして素子を作製した。この素子を $4\text{ mA/cm}^2$ の電流密度で発光させたところ、発光輝度は $84\text{ cd/m}^2$ 、駆動電圧は6.3 V、発光効率は $0.91\text{ m/W}$ で発光した。この素子を初期輝度 $200\text{ cd/m}^2$ で連続駆動したところ、1000時間後も輝度が半減しなかった。

【0055】実施例11

電子輸送層の膜厚を30 nmにした他は実施例9と同様にして素子を作製した。この素子を $4\text{ mA/cm}^2$ の電流密度で発光させたところ、発光輝度は $70\text{ cd/m}^2$ 、駆動電圧は5.9 V、発光効率は $0.91\text{ m/W}$ で発光した。この素子を初期輝度 $200\text{ cd/m}^2$ で連続駆動したところ、1000時間後も輝度が半減しなかったが、4素子のうち1つが350時間後にショートし発光しなくなった。

【0056】実施例12

電子輸送層の膜厚を25 nmにした他は実施例9と同様にして素子を作製した。この素子を $4\text{ mA/cm}^2$ の電流密度で発光させたところ、発光輝度は $65\text{ cd/m}^2$ 、駆動電圧は5.6 V、発光効率は $0.81\text{ m/W}$ で発光した。この素子を初期輝度 $200\text{ cd/m}^2$ で連続駆動したところ、1000時間後も輝度が半減しなかったが、4素子のうち1つが300時間後にショートし発光しなくなった。

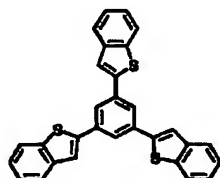
【0057】実施例13

電子輸送層として、化11に示す電子輸送材料(ETL-6)を用いた他は実施例9と同様にして素子を作製し

た。この電子輸送材料ETL-6の分子量は474である。この素子を4mA/cm<sup>2</sup>の電流密度で発光させたところ、発光輝度は90cd/m<sup>2</sup>、駆動電圧は6.3V、発光効率は0.8lm/Wで発光した。この素子を初期輝度200cd/m<sup>2</sup>で連続駆動したところ、1000時間後も輝度が半減しなかった。

【0058】

【化11】



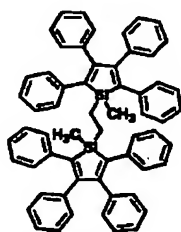
ETL-6

【0059】実施例14

電子輸送層として、化12に示す電子輸送材料(ETL-7)を用いた他は実施例9と同様にして素子を作製した。この電子輸送材料ETL-7の分子量は827である。この素子を4mA/cm<sup>2</sup>の電流密度で発光させたところ、発光輝度は101cd/m<sup>2</sup>、駆動電圧は6.3V、発光効率は1.2lm/Wで発光した。この素子を初期輝度200cd/m<sup>2</sup>で連続駆動したところ、1000時間後も輝度が半減しなかった。

【0060】

【化12】



ETL-7

【0061】比較例3

セシウムをドーピングしないで電子輸送層を積層した他は実施例9と同様にして素子を作製した。この素子を4mA/cm<sup>2</sup>の電流密度で発光させたところ、発光輝度は69cd/m<sup>2</sup>、駆動電圧は8.1V、発光効率は0.5lm/Wで発光した。この素子を初期輝度200cd/m<sup>2</sup>で連続駆動したところ、800時間後に輝度が半減した。

【0062】実施例15

電子輸送層として、ETL-5のノンドープ層を15nm設け、次にETL-5とセシウムをモル比で約3:1の割合で55nm共蒸着した他は実施例8と同様にして素子を作製した。この素子を4mA/cm<sup>2</sup>の電流密度で発光させたところ、発光輝度は98cd/m<sup>2</sup>、駆動電圧は6.3V、発光効率は0.9lm/Wで発光した。この素子を初期輝度200cd/m<sup>2</sup>で連続駆動したところ、1000時間後も輝度が半減しなかった。

【0063】

【発明の効果】本発明により、高発光効率、低駆動電圧でかつ高耐久性の発光素子を提供することができる。

フロントページの続き

(51)Int. Cl. 7

C09K 11/06

H05B 33/14

識別記号

655

660

FI

C09K 11/06

H05B 33/14

テーマコード(参考)

655

660

A

Fターム(参考) 3K007 AB02 AB03 AB06 AB11 CA01

CB01 DA01 DB03 EB00

THIS PAGE BLANK (USPTO)

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**

THIS PAGE BLANK (US-15)